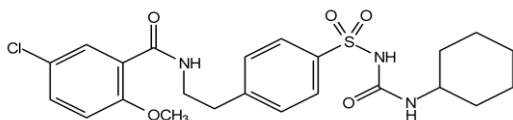


1 Actualización

2 GLIBENCLAMIDA



4

5

6 $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ PM: 494,00 10238-
7 21-8

8 **Sinonimia** - Gliburida.

9 **Definición** - Glibenclamida es 5-Cloro-*N*-
10 [2-[4-
11 [[[ciclohexilamino)carbonyl]amino]sulfonyl]fe
12 nil]etil]-2-metoxibenzamida. Debe contener no
13 menos de 99,0 por ciento y no más de 101,0 por
14 ciento de $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$, calculado sobre la
15 sustancia seca y debe cumplir con las siguientes
16 especificaciones.

17 **Caracteres generales** - Polvo cristalino
18 blanco o casi blanco. Se disuelve en soluciones
19 diluidas de hidróxidos alcalinos.
20 Moderadamente soluble en cloruro de metileno;
21 poco soluble en alcohol y metanol;
22 prácticamente insoluble en agua y éter.

23 Presenta polimorfismo.

24 **Sustancia de referencia** -
25 Glibenclamida SRFA.

26 CONSERVACIÓN

27 En envases de cierre perfecto.

28 ENSAYOS

29 Identificación

30 **A** - Absorción infrarroja <460>. *En fase*
31 *sólida*.

32 [NOTA: si el espectro obtenido en fase
33 sólida presenta diferencias con respecto al
34 estándar, disolver por separado la sustancia en
35 ensayo y la sustancia de referencia en metanol,
36 dejar evaporar hasta sequedad, sacar entre 100 y
37 105 °C y registrar nuevamente los espectros].

38 **B** - Absorción ultravioleta <470>.

39 *Solución muestra* - Pesar exactamente
40 alrededor de 50 mg de Glibenclamida, transferir
41 a un matraz aforado de 50 mL, disolver en
42 metanol y completar a volumen. Transferir 10
43 mL de esta solución a un matraz aforado de 100
44 mL, agregar 1,0 mL de una solución de ácido

45 clorhídrico 1 M y completar a volumen con
46 metanol.

47 Examinar entre 220 y 350 nm. Las
48 absorbividades a 275 y 300 nm, calculadas sobre
49 la sustancia seca, no deben diferir en más de 3,0
50 %.

51 **Determinación del punto de fusión** <260>

52 Entre 169 y 174 °C.

53 **Determinación del residuo de ignición**

54 <270>

55 No más de 0,5 %.

56 Pureza cromatográfica

57 *Sistema cromatográfico* - Emplear un
58 equipo para cromatografía de líquidos con un
59 detector ultravioleta ajustado a 254 nm y una
60 columna de 25 cm × 4,6 mm con fase
61 estacionaria constituida por octilsilano unido
62 químicamente a partículas totalmente porosas de
63 sílice de 3 a 10 μm de diámetro. El caudal debe
64 ser aproximadamente 2,0 mL por minuto.

65 *Fase móvil* - Disolver 2,6 g de fosfato
66 monobásico de amonio en 450 mL de agua y
67 agregar 550 mL de acetonitrilo. Filtrar y
68 desgasificar. Ajustar a pH 5,2 ± 0,3 con ácido
69 fosfórico o hidróxido de sodio. Hacer los ajustes
70 necesarios (ver *Aptitud del sistema* en 100.
71 *Cromatografía*).

72 *Solución muestra* - Pesar exactamente
73 alrededor de 35 mg de Glibenclamida, transferir
74 a un matraz aforado de 50 mL, disolver con
75 agitación en una mezcla de acetonitrilo y agua
76 (10:4) y completar a volumen con el mismo
77 solvente.

78 *Aptitud del sistema* (ver 100.
79 *Cromatografía*) - Cromatografiar la *Solución*
80 *muestra* y registrar las respuestas de los picos
81 según se indica en *Procedimiento*: la eficiencia
82 de la columna no debe ser menor de 3.500 platos
83 teóricos.

84 *Procedimiento* - Inyectar en el cromatógrafo
85 aproximadamente 20 μL de la *Solución muestra*,
86 registrar el cromatograma y medir las respuestas
87 de los picos principales. Calcular el porcentaje
88 de cada impureza en la porción de
89 Glibenclamida en ensayo, en relación a la suma
90 de las respuestas de todos los picos. No debe
91 contener más de 1,5 % de cualquier impureza
92 que eluya antes que glibenclamida, no debe
93 contener más de 0,5 % de cualquier otra
94 impureza individual y no debe contener más de
95 2,0 % de impurezas totales.

96 **Límite de metales pesados** <590>

97 *Método II.* No más de 0,002 %.

98 **Pérdida por secado** <680>

99 Secar a 105 °C durante 6 horas: no debe
100 perder más de 1,0 % de su peso.

101 **VALORACIÓN**

102 Pesar exactamente alrededor de 400 mg de
103 Glibenclamida, disolver en 100 mL de alcohol y
104 calentar suavemente para favorecer la
105 disolución. Titular con hidróxido de sodio
106 0,1 M (SV) determinando el punto final
107 potenciométricamente (ver 780. *Volumetría*).
108 Realizar una determinación con un blanco y
109 hacer las correcciones necesarias (ver 780.
110 *Volumetría*). Cada ml de hidróxido de sodio
111 0,1 M equivale a 49,40 mg de $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$.